## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

11-061646

(43) Date of publication of application: 05.03.1999

(51)Int.Cl.

D06M 15/53

(21)Application number: 09-227204

(71)Applicant: SANYO CHEM IND LTD

(22)Date of filing:

08.08.1997 (72)Invento

(72)Inventor: KEYAKI YOSHINORI MURAKAMI SATORU

HOKUTOU KENJI

## (54) TREATING AGENT FOR SYNTHETIC FIBER

### (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a treating agent for a synthetic fiber, hardly causing the decomposition, smoking and tar formation, capable of imparting smoothness and carrying out smooth continuous heat-treating operations for a long period and excellent in heat resistance by including a carboxylic acid ester of a specific alicyclic ring-containing diol.

SOLUTION: This treating agent for a synthetic fiber contains preferably 40-80 wt.% carboxylic acid ester of an clicyclic ring—containing diol represented by formula I [R1 and R2 are each H or a 1-10C alkyl; A is ethylene or propylene; (m) and (n) are each 1-10; p1 and q1 are each 0-20]. The alicyclic ring—containing diol is preferably a dimer diol represented by formula II (p2 and q2 are each 0-20) or an alkylene oxide adduct thereof. Furthermore, the treating agent for the synthetic fiber preferably contains one or more of other lubricants, a surfactant and an antistatic agent.

#### **LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁(JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

## 特開平11-61646

(43)公開日 平成11年(1999)3月5日

(51) Int.Cl. D 0 6 M 15/53

說別記号

FI D06M 15/53

審査請求 未請求 請求項の数3 FD (全 6 頁)

(21)出願番号	特顧平9-227204	(71)出願人	000002288
(22)出顧日	平成9年(1997)8月8日	(mo) the titl side	三洋化成工業株式会社 京都府京都市東山区一横野本町11番地の1
		(72)発明者	<ul><li>棒 善徳</li><li>京都市東山区一橋野本町11番地の1 三洋</li><li>化成工業株式会社内</li></ul>
		(72)発明者	村上 悟 京都市東山区一橋野本町11番地の1 三洋 化成工業株式会社内
		(72)発明者	北東 建二 京都市東山区一橋野本町11番地の1 三洋 化成工業株式会社内

## (54) 【発明の名称】 合成繊維用処理剤

## (57)【要約】

【課題】 合成繊維の紡糸、延伸工程において、繊維用処理剤に高度な耐熱性と平滑性を付与し、延伸ローラー上のタール、汚れなどを防ぐことで、高温高速化での繊維の糸切れ、毛羽の発生を抑えること。

【解決手段】 下記一般式(1)で示される脂環含有ジオールのカルボン酸エステルを含有することを特徴とする合成繊維用処理剤。

(式中、 $R^{3}$ 、 $R^{3}$ はそれぞれ独立に水素原子、または炭素数  $1\sim10$ のアルキル基:Aはエチレン基および/またはプロピレン基:m、nはそれぞれ独立に  $1\sim10$ の整数;p1、q1はそれぞれ独立に 0または  $1\sim20$ の整数)

【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記一般式(1)で示される脂環含有ジャールのカルボン酸エステルを含有することを特徴とす\*

1

(式中、 $R^1$ 、 $R^2$ はそれぞれ独立に水素原子、または炭素数  $1\sim10$ のアルキル基:Aはエチレン基および/またはプロピレン基:m、nはそれぞれ独立に  $1\sim10$ の整数:p1、q1はそれぞれ独立に 0または  $1\sim20$ の整数)

【請求項2】 該脂環含有ジオールが下記一般式(2) で表されるダイマージオール又はそのアルキレンオキサイド付加物である請求項1記載の合成繊維用処理剤。

【化2】

(式中、p2、q2はそれぞれ独立に0または $1\sim20$ の整数)

【請求項3】 さらに、他の平滑剤、界面活性剤及び制電剤のうち少なくとも一種を含有してなる請求項1また 30は2記載の合成繊維用処理剤。

### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、合成繊維用処理剤 に関するものであり、更に詳しくは熱工程を伴う繊維の 製造および加工工程に使用される耐熱性の良好な合成繊 維用処理剤に関するものである。

#### [0002]

【従来の技術】従来、合成繊維の紡糸、延伸工程に、種々の処理剤が目的に応じて使用されてきた。しかし今日生産性の向上、品質の向上のために、紡糸、延伸速度が速くなり、高温で処理されることに伴い、繊維用処理剤の潤滑性、耐熱性の性能向上が強く望まれている。

【0003】従来、合成繊維処理剤の潤滑成分としては、鉱物油などのパラフィン系炭化水素、ラウリルオレエート、ネオペンチルジラウレート、オレイルオレエート、ジオレイルアジペート、ビスフェノールAのアルキレンオキサイド付加物などの高級脂肪酸エステルが知られている。

【0004】従来から繊維処理剤の潤滑剤成分として分 50

\* る合成繊維用処理剤。 【化1】

> 解、発煙、タールの少ないものとして特公昭47-29 474号公報に記載のピスフェノールアルキレンオキサ イド付加物のエステルが提案されている。

### [0005]

【発明が解決しようとする課題】しかしこれらの処理剤の耐熱性はかなり良好な部類に属する反面、平滑性に劣り、延伸中の単糸巻きつき、糸切れ、あるいは高速燃糸中の毛羽発生などが、起こりやすい傾向を有しており、より高度な品質の高強力糸を得る上において、十分なものといえない。

## [0006]

【課題を解決するための手段】本発明者らは、合成繊維 糸条に高度の平滑性を付与し、かつ最近の繊維製造及び 加工工程で必要な過酷な熱処理を受けても分解、発煙、 タール化が少ない優れた耐熱性を有し、長期間にわたる 円滑な連続熱処理操作を可能ならしめる繊維平滑処理剤 を得ることを目的に検討を重ねた結果本発明に到達し た。

1. 処理剤に平滑性を付与するため、従来ラウリルオレエート、オレイルオレエートなどの高級脂肪酸エステルを使用してきたが、高強力糸を得るための高温での熱処理工程においては、耐熱性不充分で、熱板などのタール状物質が生成する傾向があり、延伸中の単糸巻き付き、糸切れなどが起こる原因となるだけでなく、油剤が発煙し、作業環境を著しく悪くするため、その防止が強く要望されている。

2. また、処理剤の耐熱性を保持するため、ビスフェノールのような芳香族骨格をもつものが使用されているが、紡糸、延伸速度が速くなると、繊維ー金属間の平滑性が保持できないという欠点を生じてきた。

3. 一般式(1)で示される該脂環含有ジオールのカルボン酸エステルは、通常のジオールエステルに比較して、高炭素数でありながら著しく低融点、低粘度であるため平滑性の向上と、そのシクロヘキサン骨格により、耐熱性、耐分解性に優れる繊維用処理剤であることを見いたした。

【0007】すなわち本発明は、下記一般式(1)で示される脂環含有ジオールのカルボン酸エステル化合物を含有することを特徴とする合成繊維用処理剤である。

[0008]

2

【0009】(式中、R¹、R¹はそれぞれ独立に水素原子、または炭素数1~10のアルキル基; Aはエチレン 10 基および/またはプロピレン基; m、nはそれぞれ独立に1~10の整数; p1、q1はそれぞれ独立に0または1~20の整数)

【0010】本発明において、一般式(1)中のR<sup>1</sup>、R<sup>1</sup>は水素原子、または炭素数1~10の直鎖または側鎖を有するアルキル基であり、好ましくは炭素数6~8である。具体例としては、メチル基、エチル基、プロビル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基等の直鎖または側鎖を有するアルキル基が挙げられる。

【0011】一般式(1) において、Aは通常、エチレン基、プロビレン基が挙げられる。AOの繰り返しは同一でも異なってもよい。オキシエチレン基とオキシブロビレン基が併用の場合、付加様式はランダム付加、ブロック付加のいずれでもよい。

【0012】一般式(1)においてm、nはそれぞれ独立に1~10の整数であり、好ましくは6~8である。0では平滑性の効果を発現することは難しく、また10を越える場合、油剤全体の粘度が著しく上昇することがあり、細デニールの糸を紡糸する際、糸切れ等の問題を起こすことがある。

【0013】一般式(1) においてp1、q1はそれぞれ独立に0または1~20の整数である。

【0014】一般式(1)で表わされる脂環含有ジオー ルとエステルを構成するカルボン酸には、一価カルボン 酸、多価カルボン酸が挙げられる。一価カルボン酸は、 炭素数6~30、より好ましくは8~24の飽和または 不飽和の分岐を有してもよい脂肪酸または芳香環を有す るカルボン酸または硫黄を含むカルボン酸が挙げられ る。好ましい一価脂肪酸の例は、カプリン酸、ラウリン 40 酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、オレ イン酸、エルカ酸、イソステアリン酸などの脂肪族カル ボン酸、安息香酸、メチル安息香酸、(3,5-ターシ ャルプチルー4ーヒドロキシフェニル) プロピオネー ト、メルカプトベンズイミダゾール脂肪酸、メルカプト ベンズチアゾール脂肪酸などの芳香族カルボン酸、ラウ リルチオカルボン酸、ステアリルチオカルボン酸、イソ ステアリルチオカルボン酸などの硫黄含有カルボン酸が 挙げられ、とのうち特に好ましくは、ラウリン酸、ステ アリン酸、オレイン酸、イソステアリン酸である。

【0015】また、好ましい多価カルボン酸としては、マロン酸、マレイン酸、とはく酸、フマール酸、グルタル酸、アジビン酸、ビメリン酸、スベリン酸、アゼライン酸、セバシン酸、シトラコン酸、メサコン酸などの脂肪族ジカルボン酸、フタル酸、イソフタル酸、テレフタル酸、トリメリト酸、レゾルシンカルボン酸、ダイマー酸などの芳香族カルボン酸、チオジプロビオン酸などの硫黄含有ジカルボン酸が挙げられる。

【0016】該エステル化反応において、カルボン酸と 7ルコールとの比率はアルコール性水酸基当量/カルボキシル基当量が通常1.3~0.7、好ましくは1.1~0.9である。反応は通常触媒の存在下、100~200℃、好ましくは130~170℃で行われ、常圧下、減圧下、もしくは加圧下で行うことができる。反応時間は通常2~10時間である。触媒としては、通常エステル化反応に用いられる触媒、例えばパラトルエンスルホン酸、メタンスルホン酸、硫酸および金属含有化合物(ジブチルスズオキサイド、酢酸亜鉛)が挙げられる。通常吸着剤を用いて精製することにより本発明の化20合物は得られる。

【0017】一般式(1)で表される脂環含有ジオールとエステルを構成するカルボン酸は、2種以上のカルボン酸を混合して用いてもよい。

【0018】本発明の処理剤は一般式(1)のカルボン酸エステル化合物単独で使用しても2種以上混合して使用してもかまわない。又これとさらに、他の平滑剤、界面活性剤および制電剤のうち少なくとも一種を含有してなるものでもよい。

【0019】他の平滑剤としては、鉱物油(精製スピンドル油、流動パラフィン)、動植物油(ヤシ油、ヒマシ油など)、脂肪酸エステル(イソステアリルラウレート、オレイルオレエート、ジオレイルアジペートなど)、アルキルエーテルエステル(ラウリルアルコールのエチレンオキサイド3モル付加物ラウレートなど)、およびワックスなどが挙げられ、これらのうち好ましいものは、脂肪酸エステルおよびアルキルエーテルエステルである。

【0020】界面活性剤としては、高級アルコールのアルキレンオキサイド付加物(オクチルアルコールのエチレンオキサイドおよび/またはプロピレンオキサイド、ステアリルアルコールのエチレンオキサイドおよび/またはプロピレンオキサイド付加物など)、多価アルコールエステルのアルキレンオキサイド付加物(硬化ヒマシ油のエチレンオキサイド25モル付加物、ソルビタントリオレエートのエチレンオキサイド20モル付加物)が挙げられる。

【0021】制電剤としては、ホスフェート、ホスファイト、脂肪酸石鹸などが挙げられる。

【0022】さらに処理剤は、その他の添加剤およびp 50 H調整剤を含有してもよい。添加剤としては、酸化防止 5

剤、紫外線吸収剤、シリコン化合物、フッ素化合物など が挙げられる。p H調整剤としては、アルカリ金属、ア ルキルアミンのアルキレンオキサイド付加物などが挙げ られる。

【0023】一般式(1)のカルボン酸エステルの全処理剤中における含有量は特に制限されないが、目標とする高速防止、延伸時の繊維-金属間の平滑性を保持するという観点から、通常10~90重量%、好ましくは、10~80重量%であり、特に好ましくは40~80重量%である。

【0024】他の平滑剤の含有量は、通常10~90重量%、好ましくは15~80重量%である。界面活性剤の含有量は、通常10~70重量%、好ましくは、15~60重量%である。制電剤の含有量は、通常1~20重量%、好ましくは、1~15重量%である。添加剤の含有量は、通常0.2~10重量%、好ましくは、0.3~8重量%である。pH調整剤の添加量は、通常0.02~10重量%好ましくは0.03~8重量%である。

【0025】本発明の処理剤は、耐熱性が優れており、 繊維の製造および加工工程などで使用されるが、特にナ イロン、ポリエステルなどの熱可塑性合成繊維を材料と する強度の大きい産業資材用フィラメント糸や仮燃加工 糸など過酷な熱工程を必要とする繊維の製造工程に適す ス 【0026】本発明の油剤は、合成繊維の溶融紡糸工程において、非含水の状態での処理、あるいは水で乳化したエマルションの状態で処理して紡出糸に給油される。非含水処理剤の場合は、原油のまま、もしくは希釈剤(低粘度鉱物油など)で希釈して使用する。希釈比率は通常20~80重量%、好ましくは30~70重量%である。エマルションの濃度は、通常5~30重量%、好ましくは、10~25重量%である。

【0027】給油方法については特に限定はなく、ノズ 10 ル給油およびローラー給油などが適用可能である。油剤 の付着量は繊維に対して通常純分0.3~2.0重量 %、好ましくは0.5~1.5重量%である。

[0028]

【実施例】以下、実施例により本発明を説明するが、本 発明はこれに限定されるものではない。

【0029】実施例1

表1記載の本発明における化合物(No. 1~3)および従来の処理剤成分(No. 4、5)について、240 での循風乾燥機中で4時間放置後のタール化、および240での熱板上に滴下した場合の発煙性、並びに市販の1260デニールナイロンフィラメント糸を湯先乾燥して得た試料糸に1%付着させ走行糸法で対金属摩擦係数を測定した結果を表2に示す。

【0030】 【表1】

[0031]

\*40\*【表2】

化合物 No.	数安定性		対金属摩擦係数		
	タール化	発煙性	0.5%-14/分	3501-11/分	
1	0	0	0.063	0.155	
2	•	0	0.068	0.167	
<b>3</b> .	•	0	0.081	0.189	
4	×	×	0.077	0.142	
5	0	0	0.143	0.310	

\* 付着させ東レ式高荷重摩擦測定機で対金属摩擦係数を測 定した結果を表3に示す。

10

(No. D、E) について、240℃の循風乾燥機中で 4時間放置後のタール化、および240℃の熱板上に滴 [0033] 下した場合の発煙性、並びに市販の1260デニールナ イロンフィラメント糸を潟洗乾燥して得た試料糸に1%\*

(本発明の処理剤A)

60重量% 化合物No.1 25重量% 硬化ヒマシ油(EO)<sub>15</sub> 15重量% ポクチルアルコール(PO)₁。(EO)₂。ブロック付加物

(本発明の処理剤B)

40重量% 化合物No. 2 20重量% ジオレイルアジペート 25重量% 硬化ヒマシ油(EO)。

オクチルアルコール(PO)1。(EO)2。ブロック付加物 15重量%

(本発明の処理剤C)

40重量% 化合物No.3 20重量% オレイルオレエート 25重量% 硬化ヒマシ油(EO)15

オクチルアルコール (РО) 10 (ЕО) 20プロック付加物 15重量%

(比較処理剤D)

60重量% ジオレイルアジペート 25重量%

硬化ヒマシ油(EO)25 オクチルアルコール(PO)1。(EO)2。ブロック付加物 15重量%

(比較処理剤E) ビスフェノール (EO) 。ジラウレート

60重量%

硬化ヒマシ油(EO)」。

25重量%

オクチルアルコール(PO)1。(EO)2。ブロック付加物 15重量%

上記表記において、成分中のEはエチレン基、Pはブロ

**% (0034)** 

ピレン基を示す。

【表3】 ×

化合物	热安定性		対金属摩擦係数		
No.	タール化	発煙性	0.5=+»/9	8501-11/ <i>分</i>	
· A ·	6	0	0. 077	0.178	
В	0 .	Δ~0	0. 077	0.189	
С	0	Δ~0	0. 104	0.210	
D	×	∆~×	0. 091	0.167	
В	0	0	0.154	0.318	

【0035】評価

タール化評価

(回:タール化なし)

〇:僅かにタール化

×:タール化 発煙性評価

〇: 殆どなし

△~〇:僅かにあり

△:ややあり

△~×:かなりあり゛

×:激しく発煙

40 [0036]

【発明の効果】本発明に関わる合成繊維用処理剤は、製 造時の耐熱性、発煙性、平滑性に優れ、ポリエステルや ナイロンの溶融紡糸、延伸に際して優れた製糸性を示 す。特に本発明の処理剤を付与するととで、耐熱性だけ でなく平滑性をも著しく向上する事が出来る。